

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

WEST

Generate Collection

Print

L37: Entry 43 of 64

File: DWPI

May 11, 1992

DERWENT-ACC-NO: 1992-205367
DERWENT-WEEK: 199225
COPYRIGHT 2002 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Inner face coating of pipes etc. with diamond - by providing nichrome wires around base material, e.g. quartz pipe in microwave cavity resonator by microwave plasma CVD

PATENT-ASSIGNEE: SHOWA DENKO KK (SHOW)

PRIORITY-DATA: 1990JP-0256444 (September 26, 1990)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 04136172 A	May 11, 1992		004	C23C016/26

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
JP04136172A	September 26, 1990	1990JP-0256444	

INT-CL (IPC): C23C 16/26; C30B 29/04

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04136172A
BASIC-ABSTRACT:

Metal bodies, nichrome wires, are provided around a base material, (quartz pipe) in a microwave cavity resonator by microwave plasma CVD technique. The result coats diamond on any place on the inner wall face of the pipe-shaped or globular base material.

The base material comprises hole-free transparent quartz or alumina, or fewer hole-providing materials or hole-sealing treated-materials.

USE/ADVANTAGE - The method is used to coat diamond on the inner face of a pipe or a ball by microwave plasma CVD. The coated diamond is used as a corrosion-resistant or abrasion-resistant material used for flowing corrosive fluid, or abrasive slurry. Providing the metal wires in the microwave cavity resonator at predetermined places only deposits the diamond

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04136172A
EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/3

DERWENT-CLASS: E36 L02 M13
CPI-CODES: E31-N03; L02-A06; L02-F05; M13-E02;

⑫ 公開特許公報(A) 平4-136172

⑤Int.Cl.⁵C 23 C 16/26
C 30 B 29/04

識別記号

E

庁内整理番号

8722-4K
7158-4G

⑬公開 平成4年(1992)5月11日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭発明の名称 ダイヤモンド内面コーティング法

⑯特 願 平2-256444

⑰出 願 平2(1990)9月26日

⑱発 明 者 森 本 信 吾 東京都大田区多摩川2-24-25 昭和電工株式会社総合技術研究所内

⑲出 願 人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門1丁目13番9号

⑳代 理 人 弁理士 寺 田 寛

明 細 書

1. 発明の名称

ダイヤモンド内面コーティング法

2. 特許請求の範囲

マイクロ波プラズマCVD法で、マイクロ波空洞共振器内に置かれた基材に金属体を配置する事により、パイプ状又は球状基材内壁面の任意の場所にダイヤモンドをコーティングする方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はアルミナ、シリカ、窒化珪素、炭化珪素などの非金属材料で構成されたパイプ状または球状物体の内壁面にマイクロ波プラズマCVD法でダイヤモンドをコーティングして耐蝕性、耐磨耗性を特定場所にて向上させる方法に関する。

(従来の技術)

ダイヤモンドをコーティングする方法については既に特許第1272928、1272929、1332452、1332457等において公知の技術となっており最近では直流プラズマ法、燃

焼法など高速で析出出来る手法も開発されている。ダイヤモンド自体は耐薬品性が非常に優れ硬さにおいても自然界で最高の値を持っているので耐蝕、耐磨耗材料として広く使われているが前述のコーティングダイヤモンドもほぼ同一の能力、特性を示すことが確認されて以来コーティング工具などとして利用されようとしている。しかしこれらのコーティングは平面上になされたものであり特異な例として特開平1-138110に記されたパイプ等の外表面に析出させるものがあるぐらいである。

(発明が解決しようとする課題)

従来の方法では平面または外表面しかコーティングできなかったがより広い用途へ展開しようとしたときパイプの内壁面へコーティングする必要が生じてくる。例えば腐食性流体、摩耗性スラリーを流すパイプなどがその例である。コーティングしたダイヤモンド膜は透光性が良いので内部がよく見えるというメリットもある。又透光性の良さを積極的に利用して耐久性のある覗き窓とする

こともできる。

パイプまたは球の内面へCVD法でダイヤモンドをコーティングするとなるとプラズマトーチ法、燃焼法と言った高速折出型の手法は装置上、微小部分の励起が出来ない、熱バランスがとれない等の制約があつてつかえない。むしろ熱フィラメント法、マイクロ波CVD法という比較的マイルドな手法が通している。熱フィラメント法の場合フィラメントをパイプ内に仕込めばコーティングも可能ではあるがフィラメントの変形トラブルを考慮すると実用的ではない。最後に残る手段としてマイクロ波CVD法を検討した。

マイクロ波CVD法は減圧反応空間をマイクロ波による無極放電で励起する方法であるのでパイプ内を励起空間とすれば本目的に合致した手法と言える。但し従来から行われている手法をそのまま踏襲するとパイプ内でマイクロ波が励起できる空間全体が折出可能空間となり意図した任意場所へ折出させることはできない。そのまま折出させると折出むらの大きいものになる。

マイクロ波が導波管の中をH₀₁モードで進んでいるときの電場の様子を示すと図1(a)のようになっている。実際にプラズマを発生させて反応させている時は共振状態であるので図1(b)のように反射面から1/4波長の所に最も強い電気振動が生じている。この部分に反応容器を置くのであるがそこに工夫をしたのが本発明である。すなわちこの電場の強い所に、外部電源と電気的に接続されていない独立した耐熱金属を置くと金属内を流れる渦電流によるジュール発熱で近接して置かれた反応容器の必要部分を加熱することができる。またこの金属をループ状にするとプラズマの閉じ込めもできる。

このようにするとマイクロ波空洞共振器という限られた空間(周波数2.45GHzの時6cm×12cm)の中で直径3cm程度の中空物体の内壁にダイヤモンドを析出させることが出来る。

H₀₁モードを使う空洞共振器の使用法として通常はE面(長い方の辺)に穴を開けて反応容器を挿入するが本発明の場合H面(短い方の辺)に穴

(課題を解決するための手段)

ダイヤモンドが析出するには大きく分けて反応ガス、基材温度、励起状態、核発生用の表面活性化が必要とされている。これらのなかで任意の場所にできるだけ均一にダイヤモンドを析出させるために励起空間の制御と析出場所の選択的加熱に注目した。

励起空間の制御に関しては反応容器内の圧力を高めにすればある程度の調整はできるが過大になるとプラズマ状態を維持できない。ここである程度と述べたのは反応空間が小さくなると壁の効果が出てきて意図した所にプラズマが発生しないことを示している。

析出場所の選択的加熱については必要部分に補助ヒーターをつけることも考えられるがマイクロ波の流れている所に金属製のヒーターを挿入するとその金属を伝ってマイクロ波が大量にリークするので危険である。ヒーターをシールドすることによってある程度それを抑止できるが安全上は補助ヒーターは使用しない方が好ましい。

を開け反応容器を挿入した。こうした方がプラズマ発生場所を、より一層制御しやすいメリットがある。

耐熱製金属としては使用雰囲気および温度を考えるとカンタル線またはニクロム線が適している。線材以外に網状、板状のものであっても良い。

基材としては内部を減圧にする関係で気孔の無いものでなければならない。透明石英、アルミナは最も適した材料であるが気孔が極めて少ないか封孔処理が出来るものであれば、その他の材料であっても使える。

基材表面の活性化については従来から採用されているダイヤモンド微粒での傷付けが適しているがコーティング膜層が薄いときは密に傷をつけて使用する。

(作用)

パイプ内壁面、球体内壁面等へのダイヤモンドコーティングは、原料ガスの励起、並びに析出面の温度維持を同時にバランス良く行う適当な手段が無く難しかったが、本発明のごとくマイクロ波

の特性を巧妙に使用する事により可能となった。
 基材温度維持は基材近傍の耐熱金属体内にマイクロ波によって誘起される渦電流によるジュール熱によって行われ、原料ガス励起はマイクロ波によって行われる。ダイヤモンド析出機構は、通常の気相法ダイヤモンドの場合と同じである。以下に実施例を紹介する。

(実施例1)

H₀₁モードで共振する空洞共振器H面を直角に貫通する穴を開け(図2-a)、中央部に図2-bに示すようにニクロム線を巻いた外径12mm内面活性化処理済みの透明石英パイプを通して一方からメタン2.5%を含む水素混合ガス20cc/minを流し他方を油回転ポンプに接続し圧力を50 Torrに保ち空洞共振器部に150Wのマイクロ波を送った。その時に発生したプラズマの長さは50mmであった。30分後にマイクロ波を止めたところパイプ内壁中央部で、長さ30mmの所に厚さ1μmのダイヤモンドが密に析出していた。この時の基材パイプの温度は中央部で

700℃であった。

(実施例2)

ニクロム線の形が図3に示すように異なる事と電力が130Wである以外は実施例1と同じ条件でダイヤモンドを析出させたところ長さ30mmのプラズマが発生しパイプ内壁中央部に長さ25mmのダイヤモンド析出物を得た。この時の基材の温度は700℃であった。

(実施例3)

石英パイプが30度空洞共振器E面内で傾いている事と電力が120Wである事以外は実施例2と同じ条件でダイヤモンドを析出させたところ長さ20mmのプラズマが発生しパイプ内壁中央部に長さ20mmのダイヤモンド析出物を得た。この時の基材温度は700℃であった。ここに示した例のなかで実施例3の場合が最もダイヤモンドの析出してゐる所とない所がはっきり識別できた。

(比較例1)

ニクロム線が無い事と電力が180Wである事

以外は実施例1と同じ条件にてダイヤモンドを析出させたところ長さ100mmのプラズマが発生し長さ50mmのダイヤモンド析出物を得た。この時の基材温度は700℃であった。

(比較例2)

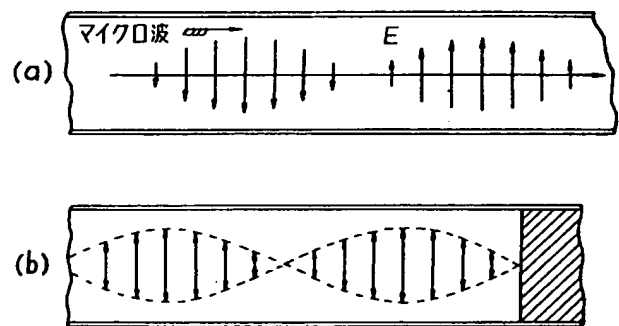
E面を直角に貫通する以外は実施例1と同じ条件にてダイヤモンドを析出させたところ長さ60mmのプラズマが発生し長さ40mmのダイヤモンド析出物を得た。この時の基材温度は700℃であった。

(発明の効果)

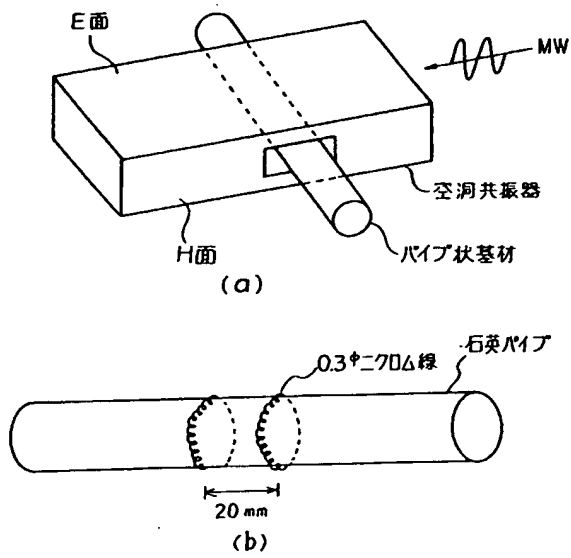
以上の実施例に示したようにマイクロ波空洞共振器内に金属線を所定の形に配置することによって必要とする所定の場所のみ限定して、ダイヤモンドを析出させることができる。

4. 図面の簡単な説明

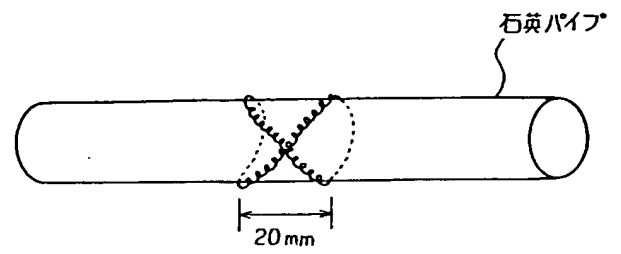
図1はマイクロ波が導波管の中をH₀₁モードで進んでいる時の電場の様子。図2は本発明の方法による基材と装置の関係。図3は耐熱金属体の基材への置き方の一例である。



第1図



第 2 図



第 3 図